国家标准《砷化镓单晶位错密度的测试方法》

编制说明(送审稿)

一、工作简况

1、立项目的和意义

位错密度是砷化镓单晶的基本性能要求之一，直接影响后续产品质量。本标准规定了砷化镓单晶位错密度测试方法的方法原理、试样制备、测试步骤、结果计算等。2006版标准中部分内容已不适用，需要再次修订。本次修订主要修订制样过程及制样过程中仪器设备的使用，解决旧有标准制样过程中的样品表面沾污问题，提高测试的准确性，提高测试效率，进而提高标准可操作性、实用性和先进性。

2、任务来源

根据《国家标准委关于下达2017年第四批国家标准制修订计划的通知》（国标委综合[2017]128号）的要求，由有研光电新材料有限责任公司等单位负责修订《砷化镓单晶位错密度的测试方法》，计划编号20173473-T-610，要求完成时间2019年。

3、标准承担单位概况

有研光电新材料有限责任公司是北京有色金属研究总院控股的先进光电材料生产企业，由北京国晶辉红外光学科技有限公司和国瑞电子材料有限责任公司在2010年合并组建。公司拥有一批高素质的科研、生产和管理专业人才，有教授3人，高级工程师2人，拥有国内唯一的水平GaAs单晶生产线，年产能力达60万片。多年来凭借公司自身的技术和市场优势,为国内外客户提供了大量的优质产品和良好的服务。修订单位雄厚的技术实力和扎实的基础将为完成本标准的修订工作提供足够的技术保障。

4、主要工作过程

立项之后，成立了标准修订小组，落实制样、检测和参与单位沟通等工作，于2018年4月份完成了讨论稿。2018年4月24日，由全国有色金属标准化技术委员会组织，在北京召开《砷化镓单晶位错密度的测试方法》第一次工作会议，共有云南临沧鑫圆锗业股份有限公司、南京中锗科技有限公司、中电集团第四十六研究所、东莞中镓半导体科技有限公司等8家单位的15名专家参加了会议，与会专家对标准讨论稿从标准技术内容和文本质量等方面进行了充分的讨论。编制组根据专家意见修改后于2018年5月底形成了征求意见稿并发函征求意见，征求意见稿发出后，收到了东莞中镓半导体科技有限公司、国标（北京）检验认证有限公司、中国电子科技集团第46研究所、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司等多家公司的反馈意见，于2019年5月形成了预审稿。2019年5月16日，由全国半导体材料标准化分技术委员会组织，在浙江省宁波市召开《砷化镓位错密度的测试方法》标准第二次工作会议（预审会），共有云南临沧鑫圆锗业股份有限公司、东莞市中镓半导体科技有限公司、中国科学院半导体研究所等12个单位19位专家参加了本次会议。其中国标（北京）检验认证有限公司、中国电子科技集团第46研究所、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司等多家公司参与了砷化镓位错密度测试方法的验证试验，并提供了验证试验报告。

1. 标准编制原则及确定标准主要内容的依据

1 编制原则

标准的编写格式按国家标准GB/T 1.1-2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》的统一规定和要求进行编写。按当前生产发展需求修订试剂、材料及仪器设备等的要求，细化制样要求，保证测量准确度，提高标准可操作性、实用性和先进性。

2标准主要内容的确定依据

1. 关于删除原标准2术语中“位错”和“位错密度”定义，增加规范性引用文件GB/T 14264的说明：原标准中给出的术语“位错”和“位错密度”内容在GB/T 14264 半导体材料术语中都有说明，在原标准中列出略显赘余，因此将原标准中2术语内容删除，将GB/T 14264作为规范性引用文件在标准中说明。
2. 关于更正原标准4中化学试剂浓度表示法及对化学试剂纯度要求的说明：化学试剂用质量分数表示浓度，表达更明确，查证各试剂所对应国家标准中，此标准中用到的化学试剂都应是质量分数，并向化学试剂生产厂商求证属实。因此统一用“质量分数”代替“浓度”。并经试验验证，分析纯的化学试剂在制样过程中，对试样测试影响不大，且对于“优级纯”的要求过于严格，因此，将纯度要求调整为“分析纯及以上”。原标准中对去离子水没有做要求，本次修订增加了对去离子水电阻率宜不小于18MΩ·cm的要求。
3. 关于从单晶锭的待测部分经定向后，晶向偏离小于1°的说明：原标准中，晶向偏离要求小于8°，在生产中晶向偏离大于3°，则在抛光腐蚀后看到位错腐蚀坑不够清晰，位错腐蚀坑会出现偏离拖尾现象，晶向偏离越大，拖尾越严重，会对测试结果产生较大影响，且随着生产加工工艺的进步及检测技术的革新，晶向偏离角度小于1°的测试片加工简单易行。因此将原标准中晶向偏离要求由“小于8°”改为“小于1°”
4. 关于更正原标准中对金刚砂要求的说明：原标准中粗磨和细磨分别用302#和306#金刚砂，现在这种表示金刚砂颗粒度的方法已经废止，经试验证实，500目（颗粒直径约为30微米）和2000目（颗粒直径约为6.5微米）的金刚砂（或氧化铝粉）能达到制样的要求，因此不再用302#和306#表示金刚砂的颗粒度，而用500目（颗粒直径约为30微米）和2000目（颗粒直径约为6.5微米）表示金刚砂（或氧化铝粉）的颗粒度。
5. 关于增加7.2.2研磨机研磨试样的说明：随着生产量的不断增加及生产加工工艺和检测技术的革新，用研磨机完全能达到检测试样的制样要求，因此增加了7.2.2条款。
6. 关于修改7.3化学抛光液可选择配比的说明：试验证明，不同配比的抛光液能影响试样抛光的光洁度和抛光时间。H2SO4 : H2O2 : H2O = 2: 1 : 1（体积比）能更快的完成抛光，如果需要检测的样品很多，可以选择H2SO4 : H2O2 : H2O = 2: 1 : 1（体积比）的抛光液比例。
7. 关于精确KOH化学腐蚀的温度的说明：氢氧化钾的熔点是380℃，温度过高，会影响腐蚀试样的光洁度，产生表面沾污等问题，影响检测的准确性。温度太低则需要的时间过长，影响效率。试验证明，温度在400℃±15℃能较快得到较清晰的腐蚀样品。因此精确氢氧化钾腐蚀温度为400℃±15℃。
8. 关于修改8.1设备内容的说明：设备中增加了带数码成像的显微镜，可以在计算机显示器上读取位错。
9. 关于规范原标准中的计量单位的说明：原标准中长度的计量单位有mm和cm，本次修订，将长度计量单位统一为mm。
10. 关于在8.4典型位错腐蚀坑增加图9的说明：原标准中没有对两个以上的位错腐蚀坑叠加的情况如何计数做出说明，本次修改增加图9，明确说明了位错腐蚀坑计数原则。并在图片的右下角标明了拍摄图片的显微镜放大倍数。
11. 关于条款9试验数据处理中关于公式调整的说明：原标准中，S定义为视场面积，C定义为显微镜的计算系数，C=1/S。C的定义略显赘余，在数据处理时可以用1/S直接代替，在本次修订中删除了关于C的定义。并对公式中字母定义格式做出了调整。
12. 验证试验分析

本次标准修订共有有研光电新材料有限责任公司、国标（北京）检验认证有限公司、中国电子科技集团第46研究所、云南临沧鑫圆锗业股份有限公司4家公司做验证试验，在用H2SO4 :H2O2 :H2O =2:1:1（体积比）的抛光液抛光，并按试验方案完成后，均能得到清晰位错腐蚀坑，具体见试验报告。

四、标准水平分析

本标准明确提出了砷化镓位错密度的测试原理、试剂、仪器设备、试验步骤、数据处理等内容，对指导砷化镓位错密度的测试有重大意义。本标准为第三次修订，为推荐性国家标准，达到国内先进水平。

五、与现行法律、法规、强制性国家标准及相关标准协调配套情况

本标准是对GB/T 8760-2006《砷化镓单晶位错密度的测试方法》的修订和补充，仅修订试验技术内容和格式，与现行的法律、法规及国家标准、国家军用标准、行业标准没有冲突。

六、重大分歧意见的处理经过和依据

在本标准修订过程中，没有出现重大分歧意见。

七、作为推荐性或强制性标准的建议

本标准建议作为推荐性国家标准实施。

八、废止现行有关标准的建议

本标准颁布后，将代替GB/T 8760-2006《砷化镓单晶位错密度的测试方法》，原标准废止。

九、其他应予说明的事项

本标准作为推荐性国家标准供大家使用，若对结果有疑义，以供需双方商议的测试方法为准。